



Verfahren und Vorrichtung zum Keramisieren des Ausgangsglases einer Glaskeramik

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Keramisierung eines Ausgangsglases
einer Glaskeramik, sogenanntes Grünglas zu einer Glaskeramik sowie eine
Vorrichtung hierfür.

Aus der UK 1 383 201 ist ein Verfahren zur Herstellung von Glaskeramiken
bekanntgeworden, das im wesentlichen die nachfolgenden Schritte umfaßt.

Zunächst wird eine Schmelze der gewünschten Zusammensetzung, die zum
Beispiel eine Mischung von SiO_2 , Al_2O_3 und Li_2O mit Beigaben von TiO_2 oder
 ZrO_2 beinhaltet, hergestellt. Anschließend wird diese Schmelze rasch auf
Raumtemperatur unter Vermeidung der Ausscheidung von Kristalliten oder
deren Vorstufen abgekühlt und so das Ausgangsglas erhalten.

Dann wird das Ausgangsglas auf eine Temperatur im oberhalb der
Glastransformationstemperatur T_g gelegenen Keimbildungsbereich erwärmt.
Als Keimbildungsbereich wird der Temperaturbereich bezeichnet, in dem es
zur Ausscheidung von Kristallisationskeimen kommt, wobei die Zahl der
Keime von der gewählten Temperatur und der gewählten Verweilzeit bei
dieser Temperatur abhängt. In der UK 1 383 201 werden die Keime heterogen
durch Ausfällungen von TiO_2 oder ZrO_2 erzeugt.

Anschließend wird das durch die Keimbildung modifizierte Grünglas auf eine
Temperatur im Kristallisationsbereich weiter erwärmt. Als
Kristallisationsbereich wird derjenige Temperaturbereich, in dem es zum
Aufwachsen einer Kristallphase auf die oben erwähnten Keime kommt,
bezeichnet, wobei zwar die Ausbildung dieser Kristalle i.a. weitgehend schon
während der Erwärmung auf diese Temperatur stattfindet, die Verweildauer
bei dieser Temperatur aber noch großen Einfluß auf die Eigenschaften der

entstehenden Glaskeramik hat. Beim Beispiel gemäß der UK 1 383 201 handelt es sich bei der Kristallphase um β -Eukryptit LiAlSiO_4 .

In einer Modifikation des obengenannten Verfahrens kann die Keimbildung vollständig in eine Aufheizrampe verlegt werden, so daß es kein Verweilen bei einer bestimmten Temperatur im Keimbildungsbereich gibt. In einer weiteren Modifikation kann zwischen dem Aufenthalt bei einer Temperatur im Keimbildungsbereich und dem Aufenthalt bei einer bestimmten Temperatur im Kristallisationsbereich ein weiterer Aufenthalt bei einer bestimmten, dazwischen liegenden Temperatur vorgesehen werden.

Die bevorzugte Führung des Verfahrens ist eine zweistufige, wobei zunächst eine Temperatur im als zwischen der Glastransformationstemperatur T_G und $T_G + 220$ K liegend angenommenen Keimbildungsbereich für die Dauer von 2 bis 30 Minuten eingestellt wird und anschließend mit einer zwischen 30 K/min und 480 K/min auf eine im als zwischen 800°C und 1250°C liegend angenommenen Kristallisationsbereich gelegene Temperatur geheizt wird.

Um das aus der UK 1 383 201 bekannte Verfahren umsetzen zu können, schlägt die UK 1 383 201 die Lagerung auf einem nicht-benetzbaren Träger vor, der eine große Wärmeleitfähigkeit besitzt, nämlich einem Zinnbad. Die aus der UK 1 383 201 bekannte Vorrichtung ermöglicht zwar eine schnelle Zufuhr der benötigten Wärmeleistung, hat aber bezüglich der schnellen und genauen Einsteuerung bzw. -regelung der Temperaturführung Nachteile.

So ist ein Nachteil des aus der UK 1 383 201 bekannten Verfahrens, daß die Umsetzung der erfindungsgemäßen Temperaturführung die schnelle und präzise Einstellung einer sich rasch ändernder Temperatur am Glas benötigt und dies bei einer Lagerung auf einem Zinnbad, ob im ruhenden oder im durchlaufenden Betrieb, nicht möglich ist.

Die präzise Einstellung der Temperatur ist aber für die Keimbildung unerlässlich. So ist aus H.Scholze, "Glas", 2.Auflage, 1977, Springer Verlag, S.55 bekannt, daß die Keimbildung stark temperaturabhängig ist und für die als Beispiel angegebenen Systeme ein typischerweise etwa 10 K breites Maximum hat, dies ist die Differenz derjenigen Temperatur oberhalb der Maximumtemperatur, bei der die Keimbildungsrate bereits wieder auf 90 % des maximalen Wertes gesunken ist, und derjenigen Temperatur unterhalb der Maximumtemperatur, bei der die Keimbildungsrate gerade 90 % des maximalen Wertes erreicht hat. Eine präzise Einstellung der Temperatur ist auch mit Blick auf die im Kristallisationsbereich herrschende Viskosität erforderlich, da die Viskosität von Gläsern und Glaskeramiken stark temperaturabhängig ist.

Der schnellen Einregelung sich ändernder Temperaturen im ruhenden Betrieb steht die Wärmekapazität des Zinnbades entgegen, die die thermische Masse des Gesamtsystems und damit die Totzeit der Temperaturregelstrecke nach oben treibt. Dem schnellen Temperaturwechsel im durchlaufenden Betrieb steht wiederum die gute Wärmeleitfähigkeit des Zinnbades entgegen, die Temperaturunterschiede zwischen benachbarten Zonen ausgleicht.

Nachteilig am beschriebenen Verfahren ist ferner, bei einer Anwendung zur Herstellung von Glaskeramikkochflächen, daß diese aus Bruchsicherheitsgründen üblicherweise auf der Unterseite der Glaskeramikplatte Noppen umfassen. Diese Noppen werden normalerweise durch einen Preßvorgang nach dem Schmelzen generiert. Derart vorstrukturierte Platten können nur mit Schwierigkeiten auf das Zinnbad aufgesetzt werden, da sich an den Noppen Blasen festhängen könnten, die beispielsweise zu Inhomogenitäten beim Wärmeübergang zwischen Zinnbad und Glas führen können.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein verbessertes Verfahren zur Keramisierung von Ausgangsgläsern einer Glaskeramik als die im Stand der Technik beschriebenen Verfahren anzugeben sowie eine Vorrichtung hierfür.

5 Erfindungsgemäß erfolgt die schnelle und genaue Einstellung sowohl der Keimbildungstemperatur und des Temperaturverlaufs während der folgenden steilen Heizrampe beim Übergang von der Keimbildung in die Kristallisation sowie der Temperaturverläufe bis zur Keimbildungstemperatur und nach Erreichen der Kristallisationstemperatur durch Regelkreise geringer Totzeit mit
10 der Leistung einer aus Infrarotstrahlern bestehenden Heizanlage als Stellgröße. Die mechanische Stabilität des Ausgangsglases bzw. der werdenden Glaskeramik wird durch die Verwendung einer geeigneten Trägerplatte sichergestellt.

15 Entscheidend für eine schnelle Ansteuerung bzw. Einregelung der gewünschten Temperaturen ist eine geringe thermische Totzeit des Systems. Vereinfachend kann man das System für die Ermittlung der Totzeit wie ein "RC-Glied" in der Elektrotechnik betrachten (Kohlrausch, Praktische Physik, Teubner-Verlag, 1996, Band 1, S. 600), wobei der Spannung im vorliegendem
20 Fall die Temperaturen und den Strömen die Wärmeströme im vorliegendem Fall entsprechen.

Der Wärmewiderstand R ergibt sich als Quotient aus der Temperaturdifferenz zwischen den Heizelementen und dem Glühgut einerseits sowie dem
25 fließenden Wärmestrom andererseits. Die Wärmekapazität C erhält man, wenn man den von den Heizelementen abgegebenen Wärmestrom durch die Heizrate des Glühgutes teilt. Im Idealfall, wenn der fließende Wärmestrom dem Glühgut allein zugutekommt und keine Erwärmung von Streukapazitäten stattfindet, ist die Wärmekapazität die des Glases bzw. des Glühgutes allein.
30 Wenn Streukapazitäten mit erwärmt werden, werden diese so stark gewichtet,

wie es dem Quotienten aus der eigenen Heizrate und der Heizrate des Glühgutes entspricht.

Den Wärmewiderstand R kann man niedrig gestalten, indem man als
 5 Heizelemente erfindungsgemäß Infrarotstrahler hoher Temperatur wählt. Nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz ist die Netto-Wärmestrahlungsstromdichte j zwischen zwei sich zustrahlenden ebenen Flächen gegeben durch

$$j = \sigma \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot (T_1^4 - T_2^4) / (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - \varepsilon_1 \varepsilon_2)$$

10

wobei σ die Stefan-Boltzmann-Konstante ist, ε_1 bzw. T_1 die Emissivität bzw. die Temperatur der einen Fläche und ε_2 bzw. T_2 die Emissivität bzw. die Temperatur der anderen Fläche.

15 In einer ersten Näherung gilt

$$j = \sigma \cdot \varepsilon_1 \cdot \varepsilon_2 \cdot 4 \cdot ((T_1 + T_2)/2)^3 \cdot (T_1 - T_2) / (\varepsilon_1 + \varepsilon_2 - \varepsilon_1 \varepsilon_2).$$

20

Die Wärmestrahlungsstromdichte ist in dieser Näherung proportional zur Temperaturdifferenz zwischen den beiden Flächen, wobei der Proportionalitätsfaktor nicht konstant ist, sondern seinerseits von der dritten Potenz der mittleren Temperatur $(T_1 + T_2)/2$ abhängt. Entsprechend der obigen Definition für den Wärmewiderstand R gilt für den gesamten Wärmestrom J (mit $J = j \cdot A$, wobei A die Größe der beiden Flächen ist) die
 25 Beziehung $J = (T_1 - T_2)/R$. Der Näherungsbeziehung für j liest man die Proportionalität $R \sim 1/((T_1 + T_2)/2)^3$ ab, d.h. der Wärmewiderstand R sinkt mit der dritten Potenz der mittleren Temperatur.

30

Aus der zuvor angestellten Betrachtung folgt, daß man den Wärmewiderstand und damit die Totzeit des Systems besonders niedrig halten kann, wenn man Heizelemente besonders hoher Temperatur wählt. Dies hat hohe mittlere

Temperaturen und damit einen niedrigen Wärmewiderstand zur Folge.
Besonders vorteilhaft ist daher die Verwendung kurzwelliger Infrarotstrahler,
wie sie durch Wolframwendeln in einem dicht verschlossenen Quarzglasrohr
mit einer Halogenverbindung als Schutzgas realisiert werden können, mit
5 Temperaturen von bis ca. 3000° C. Um den Effekt, daß mit steigender
Heiztemperatur die spektrale Verteilung der Wärmestrahlung hin zu kürzeren
Wellenlängen wandert, wobei das Glühgut bei diesen kürzeren Wellenlängen
weniger Strahlung absorbiert als bei längeren Wellenlängen, zu
kompensieren, ist vorteilhafterweise vorgesehen, die IR-Bestrahlung in einem
10 Strahlungshohlraum, in dem die infrarote Strahlung mehrmals unter
verschiedenen Winkeln durch das Glas hin- und herreflektiert wird,
durchzuführen. Betreffend die IR-Beheizung in einem Strahlungshohlraum
wird auf die DE-U-299 05 385 verwiesen, deren Offenbarungsgehalt in die
vorliegende Anmeldung vollumfänglich mitaufgenommen wird.

15 Eine Minimierung des Einflusses der Streukapazitäten kann man bewirken,
indem man entweder die zu den Streukapazitäten gehörenden
Wärmekapazitäten niedrig hält oder die Ankopplung der Streukapazitäten an
die infrarote Strahlung möglichst weitgehend unterdrückt. Dies kann dadurch
20 erreicht werden, daß die Emissivität der Ofenwände klein gehalten wird, d.h.
diese stark reflektierend ausgebildet sind.

Vorzugsweise beträgt der Anteil der von den Wandflächen des IR-
Strahlungshohlraumes reflektierten und/oder gestreuten Infrarot-Strahlung
25 mehr als 50 % der auf diese Flächen auftreffenden Strahlung.

Besonders bevorzugt ist es, wenn der Anteil der von den Wandflächen
reflektierten und/oder gestreuten Infrarot-Strahlung mehr als 90 %,
insbesondere mehr als 98 %, beträgt.

30

Ein besonderer Vorteil der Verwendung eines IR-Strahlungshohlraumes ist des weiteren, daß es sich bei Verwendung von sehr stark reflektierenden Wandmaterialien um einen Resonator hoher Güte Q handelt, der nur mit geringen Verlusten behaftet ist und daher eine hohe Energieausnutzung gewährleistet.

Als die IR-Strahlung reflektierende Materialien können beispielsweise eines oder mehrere der nachfolgenden Materialien

10 Al_2O_3 ; BaF_2 ; BaTiO_3 ; CaF_2 ; CaTiO_3 ;
 MgO ; 3,5 Al_2O_3 ; MgO ; SrF_2 ; SiO_2 ;
 SrTiO_3 ; TiO_2 ; Spinell; Cordierit;
 Cordierit-Sinterglaskeramik

15 eingesetzt werden.

Die Erfindung soll nachfolgend beispielhaft anhand der Figuren sowie der Ausführungsbeispiele beschrieben werden.

20 Es zeigen:

Figur 1 einen beispielhaften Aufbau einer Vorrichtung zum Keramisieren eines Ausgangsglases einer Glaskeramik gemäß der Erfindung mit Strahlungshohlraum.

25

Figur 2 eine beispielhafte Temperaturkurve für eine erfindungsgemäße Keramisierung des Ausgangsglases einer Glaskeramik

Die in Figur 1 dargestellte Vorrichtung umfaßt einen IR-Strahlungshohlraum aus Quarzal, bestehend aus Wänden 1 und Bodenplatte 2, dessen Decke von einem wassergekühlten, vergoldeten Reflektor 3 gebildet wird, unter dem

sechs IR-Strahler 4 angeordnet sind. Dieser Strahlungshohlraum besitzt eine Grundfläche von 245 mm · 172 mm und eine Höhe von 200 mm, die Leistungsdichte der IR-Strahler beträgt maximal 600 kW/m² bei einer Farbtemperatur von 3000 K.

5

Innerhalb dieses Strahlungshohlraums ist ein ebenfalls aus Quarzal bestehender Zylinder 5 angeordnet, dessen Innendurchmesser 120 mm, Außendurchmesser 170 mm und Höhe 160 mm beträgt. Dieser Zylinder ist mit einer 6 mm dicken Platte aus synthetischem Quarzglas 6 abgedeckt, die als Filter für die von den IR-Strahlern abgegebene langwellige Strahlung dient.

10

Das zu keramisierende Glas 7 ist eine 4 mm dicke, runde Scheibe eines typischen Ausgangsglases einer LAS-Glaskeramik mit einem Durchmesser von 118 mm. Es wird, durch Magnesiastäbchen fixiert, in einer Höhe von 60 mm über dem Boden des Strahlungshohlraumes angeordnet.

15

Die Ansteuerung der IR-Strahler erfolgt über Thyristorsteller, zur Regelung dient ein Eurotherm PC3000-System. Die Temperaturmessung erfolgt mittels eines 5 μ -Pyrometers durch ein Loch 8 in der Bodenplatte.

20

Die Keramisierung des Glases 7 erfolgt durch Erwärmung mittels Bestrahlung durch die IR-Strahler beispielsweise entsprechend dem in Figur 2 dargestellten Temperaturverlauf. Wie aus Fig. 2 deutlich zu erkennen ist, ist bei Verwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens der gesamte Keramisierungsprozeß beispielsweise innerhalb einer halben Stunde abgeschlossen.

25

Um den Erfolg der durchgeführten Temperaturbehandlung nachzuweisen, ist es beispielsweise möglich, den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der erhaltenen Glaskeramik zu bestimmen. Für das hier dargestellte Beispiel wurde im Temperaturbereich 20 bis 700° C ein mittlerer

30

Ausdehnungskoeffizient von $-0,03 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ermittelt, was dem typischen Wert einer kommerziell erhältlichen LAS-Glaskeramik entspricht.

Ansprüche

1. Verfahren zur Keramisierung eines Ausgangsglases einer Glaskeramik zu einer Glaskeramik umfassend wenigstens die folgenden Schritte:
 - 5 1.1 das Ausgangsglas wird von einer Anfangstemperatur T_1 auf eine Temperatur T_2 , die oberhalb der Glastransformationstemperatur T_G liegt, aufgeheizt, bei der Kristallisationskeime ausgeschieden werden
 - 1.2 das Glas wird zur Ausscheidung von Kristallisationskeimen bei der Temperatur T_2 für eine Zeitdauer t_2 gehalten
 - 10 1.3 das Glas wird auf eine Temperatur T_3 weitererwärmt bei der auf die in Schritt 1.1 und 1.2 gebildeten Keime eine Kristallphase aufwächst
 - 1.4 das Glas wird bei der Temperatur T_3 für eine Zeitdauer t_3 gehalten oder während dieser Zeitdauer auf eine höhere Temperatur T_4 erwärmt, bis vorgegebene Eigenschaften der Glaskeramik erreicht sind
 - 15 1.5 die Regelung des Temperaturverlaufes erfolgt mit Hilfe eines Regelkreises umfassend wenigstens einen Temperatursensor zur Sensierung der Temperatur und einer Heizanlage als Stellglied dadurch gekennzeichnet, daß
 - 20 1.6 die Heizanlage IR-Strahler zur Erwärmung des zu entspannenden Glases mit einer thermischen Totzeit von weniger als 10 s, insbesondere < 5 s umfaßt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizanlage IR-Strahler hoher Farbtemperatur umfaßt.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die IR-Strahler kurzwellige IR-Strahler mit einer Farbtemperatur $> 1500^\circ$ C, insbesondere $> 2000^\circ$ C, besonders bevorzugt $> 2400^\circ$ C, insbesondere bevorzugt $> 2700^\circ$ C sind.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß
die IR-Strahler der Heizanlage in einem umgrenzten Raum umfassend reflektierende bzw. rückstreuende Begrenzungsflächen angeordnet sind.
5
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß
die reflektierenden bzw. rückstreuenden Begrenzungsflächen eines oder Mischungen mehrerer der nachfolgenden Materialien umfassen:
10 Al_2O_3 ; BaF_2 ; BaTiO_3 ; CaF_2 ; CaTiO_3 ; $\text{MgO} \cdot 3,5 \text{Al}_2\text{O}_3$; MgO ; SrF_2 ; SiO_2 ; SrTiO_3 ; TiO_2 ; Quarzal; Spinell; Cordierit; Cordierit-Sinterglaskeramik.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß
15 der umgrenzte Raum ein IR-Strahlungshohlraum ist.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß
die Aufheizzeit auf die Temperatur T_2 geringer als 120 s, bevorzugt geringer als 90 s ist und die Temperatur T_2 geringer als 800°C ist.
20
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß
die Haltezeit t_2 bei der Temperatur T_2 im Bereich 60 s bis 3600 s liegt.
25
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß
die Aufheizzeit von der Temperatur T_2 auf die Temperatur T_3 geringer als 90 s, bevorzugt geringer als 60 s ist und die Temperatur T_3 größer als 700°C ist.
30

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Haltezeit t_3 bei der Temperatur T_3 bzw. die Aufheizzeit t_3 auf die Temperatur T_4 im Bereich 60 s bis 1800 s liegt.
- 5 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das zu keramisierende Ausgangsglas auf einer nicht-flüssigen Unterlage gelagert wird.
- 10 12. Vorrichtung zum Keramisieren eines Grünglases umfassend wenigstens
 - 12.1 eine Heizanlage
 - 12.2 einen Temperatursensor
 - 12.3 eine Steuer-Regel-Einrichtung zum Ansteuern der Heizanlage in Abhängigkeit von der sensierten Temperatur und einem vorgegebenen Temperaturprogramm, dadurch gekennzeichnet, daß
 - 15 12.4 die Heizanlage IR-Strahler zur Erwärmung des zu entspannenden Glases mit einer thermischen Totzeit von weniger als 10 s, insbesondere weniger als 5 s umfaßt.
- 20 13. Vorrichtung gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Heizanlage IR-Strahler hoher Farbtemperatur umfaßt.
- 25 14. Vorrichtung gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die IR-Strahler kurzwellige IR-Strahler mit einer Farbtemperatur größer 1500° C, bevorzugt größer 2000° C, besonders bevorzugt größer 2400° C, insbesondere bevorzugt größer 2700° C sind.
13. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß

die IR-Strahler der Heizanlage in einem umgrenzten Raum umfassend reflektierende bzw. rückstreuende Begrenzungsflächen angeordnet sind.

5

16. Vorrichtung gemäß Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die reflektierenden bzw. rückstreuenden Begrenzungsflächen eines oder Mischungen aus mehreren der nachfolgenden Materialien umfassen:

10

Al_2O_3 ; BaF_2 ; BaTiO_3 ; CaF_2 ; CaTiO_3 ; MgO ; $3,5 \text{ Al}_2\text{O}_3$; MgO ; SrF_2 ; SiO_2 ; SrTiO_3 ; TiO_2 ; Quarzal; Spinell; Cordierit; Cordierit-Sinterglaskeramik.

15

17. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 15 oder 16, dadurch gekennzeichnet, daß der umgrenzte Raum ein IR-Strahlungshohlraum ist.

18. Vorrichtung gemäß einem der Ansprüche 12 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung Einrichtungen zum Lagern des zu keramisierenden Ausgangsglases umfaßt.

Verfahren und Vorrichtung zum Keramisieren des Ausgangsglases einer Glaskeramik

5

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Keramisierung eines Ausgangsglases einer Glaskeramik zu einer Glaskeramik umfassend wenigstens die folgenden Schritte:

10

1.1 das Ausgangsglas wird von einer Anfangstemperatur T_1 auf eine Temperatur T_2 , die oberhalb der Glastransformationstemperatur T_G liegt, aufgeheizt, bei der Kristallisationskeime ausgeschieden werden

1.2 das Glas wird zur Ausscheidung von Kristallisationskeimen bei der Temperatur T_2 für eine Zeitdauer t_2 gehalten

15

1.3 das Glas wird auf eine Temperatur T_3 weitererwärmt bei der auf die in Schritt 1.1 und 1.2 gebildeten Keime eine Kristallphase aufwächst

1.4 das Glas wird bei der Temperatur T_3 für eine Zeitdauer t_3 gehalten oder während dieser Zeitdauer auf eine höhere Temperatur T_4 erwärmt, bis vorgegebene Eigenschaften der Glaskeramik erreicht sind

20

1.5 die Regelung des Temperaturverlaufes erfolgt mit Hilfe eines Regelkreises umfassend wenigstens einen Temperatursensor zur Sensierung der Temperatur und einer Heizanlage als Stellglied

Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß

25

1.6 die Heizanlage IR-Strahler zur Erwärmung des zu entspannenden Glases mit einer thermischen Totzeit von weniger als 10 s, insbesondere < 5 s umfaßt.

30

Fig. 1

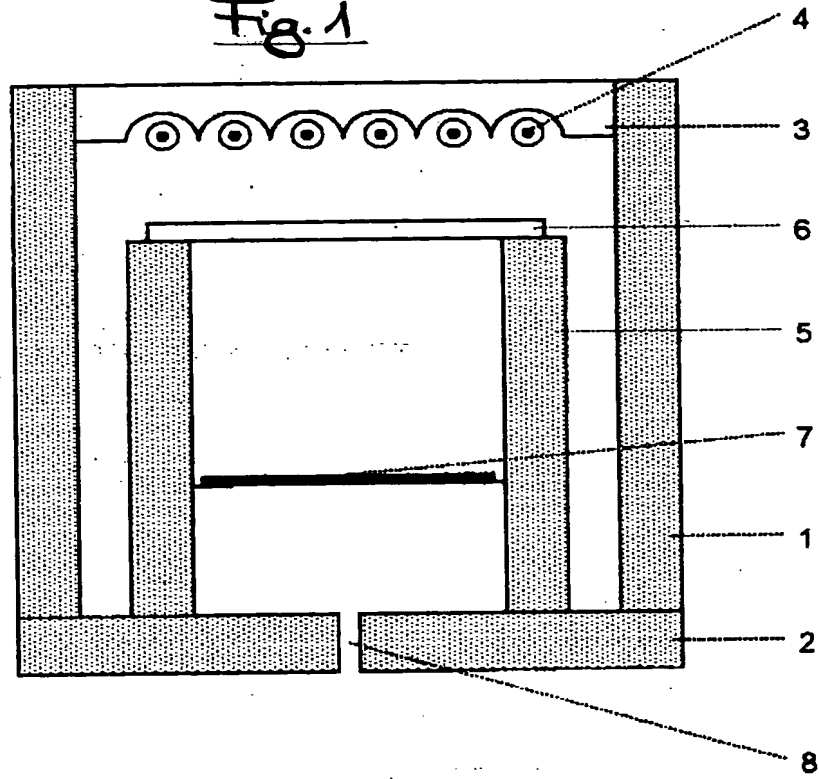


Fig. 2

